

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **06-055629**

(43)Date of publication of application : **01.03.1994**

(51)Int.CI.

B29C 55/02
B32B 27/06
C08J 9/00
// B29L 9:00

(21)Application number : **04-231456**

(71)Applicant : **NITTO DENKO CORP**

(22)Date of filing : **05.08.1992**

(72)Inventor : **NISHIYAMA SOJI
HIGUCHI HIROYUKI
MATSUSHITA KIICHIRO**

(54) PREPARATION OF LAMINATE POROUS FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a method in which laminate porous films of superior interlaminar bonding properties and free from pinholes are prepared without crushing pores in the respective films.

CONSTITUTION: Laminate porous films are prepared by adopting a first means for forming films from a forming material composed mainly of thermoplastic resin and draft ratio of 80 or more, a second means for laminating at least two pieces of film, heating the films to the temperature higher than the softening point of resin and lower than the melting point and laminating integrally and a third means for stretching the films and making the same porous.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] **20.11.1998**

[Date of sending the examiner's decision of rejection] **08.01.2002**

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

PREPARATION OF LAMINATE POROUS FILM

Bibliographic data

Patent number: JP6055629

Publication date: 1994-03-01

Inventor: NISHIYAMA SOJI; others: 02

Applicant: NITTO DENKO CORP

Classification:

- international: B29C55/02; B32B27/06; C08J9/00

- european:

Application number: JP19920231456 19920805

Priority number(s):

Abstract of JP6055629

PURPOSE: To provide a method in which laminate porous films of superior interlaminar bonding properties and free from pinholes are prepared without crushing pores in the respective films.

CONSTITUTION: Laminate porous films are prepared by adopting a first means for forming films from a forming material composed mainly of thermoplastic resin and draft ratio of 80 or more, a second means for laminating at least two pieces of film, heating the films to the temperature higher than the softening point of resin and lower than the melting point and laminating integrally and a third means for stretching the films and making the same porous.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-55629

(43)公開日 平成6年(1994)3月1日

(51) Int.Cl.⁵ 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所
B 2 9 C 55/02 7258-4F
B 3 2 B 27/06 7258-4F
C 0 8 J 9/00 A 9268-4F
// B 2 9 L 9:00 4F

審査請求 未請求 請求項の数 6(全 6 頁)

(21)出願番号	特願平4-231456	(71)出願人	000003964 日東電工株式会社 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号
(22)出願日	平成4年(1992)8月5日	(72)発明者	西山 総治 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東 電工株式会社内
		(72)発明者	樋口 浩之 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東 電工株式会社内
		(72)発明者	松下 喜一郎 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東 電工株式会社内
		(74)代理人	弁理士 祐▲ぎ▼元 邦夫

(54)【発明の名称】 積層多孔質フィルムの製造方法

(57) 【要約】

【目的】 層間の密着性にすぐれると共に、ピンホールのない積層多孔質フィルムを、各フィルムの孔を潰すことなく製造できる方法を提供する。

【構成】 熱可塑性樹脂を主体とする成形材料をドラフト比8.0以上でフィルム成形する第1の手段と、このフィルムの少なくとも2枚を重ね合わせて上記樹脂の軟化点以上融点未満の温度に加熱して積層一体化する第2の手段と、この積層フィルムを延伸多孔化する第3の手段とを採用することにより、積層多孔質フィルムを製造する。

(2)

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱可塑性樹脂を主体とする成形材料をドラフト比80以上でフィルム成形する第1の手段と、このフィルムの少なくとも2枚を重ね合わせて上記樹脂の軟化点以上融点未満の温度に加熱して積層一体化する第2の手段と、この積層フィルムを延伸多孔化する第3の手段とからなることを特徴とする積層多孔質フィルムの製造方法。

【請求項2】 積層する少なくとも2枚のフィルムが同一の熱可塑性樹脂からなる請求項1に記載の積層多孔質フィルムの製造方法。

【請求項3】 熱可塑性樹脂が2種以上のブレンド系で、二相以上の相分離構造を有しており、各々の相が示す軟化点のうち最も低い温度以上で、かつ各々の相が示す融点のうち最も高い温度未満の温度に加熱して積層一体化する請求項2に記載の積層多孔質フィルムの製造方法。

【請求項4】 熱可塑性樹脂が2種以上のブレンド系で、二相以上の相分離構造を有しており、各々の相が示す融点のうち最も低い温度以上で、かつ各々の相が示す融点のうち最も高い温度未満の温度に加熱して積層一体化する請求項2に記載の積層多孔質フィルムの製造方法。

【請求項5】 熱可塑性樹脂がポリプロピレン10~90重量%とポリエチレン90~10重量%とのブレンド系である請求項3または請求項4に記載の積層多孔質フィルムの製造方法。

【請求項6】 積層する少なくとも2枚のフィルムが異なる熱可塑性樹脂からなり、隣接する各フィルムを構成する樹脂の軟化点のうちより低い温度以上で、かつ隣接する各フィルムを構成する樹脂の融点のうちより低い温度未満の温度に加熱して積層一体化する請求項1に記載の積層多孔質フィルムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、分離膜、通気性フィルム、電池用セパレータなどに利用される積層多孔質フィルムの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 多孔質フィルムを積層することにより、単層では發揮しえない機能を付与できることが知られている。その目的とするところは、多岐にわたっているが、一般には、孔径の異なる多孔質フィルムを積層することにより透過性にすぐれた非対称構造を得ること、強度の異なる多孔質フィルムを積層することによる多孔質フィルムの補強、同種の多孔質フィルムの積層によるピンホール（欠陥となる粗大孔）の防止、表面性質の異なる多孔質フィルムの積層による接着性の改善などが主なものである。

【0003】 したがつて、積層多孔質フィルムを得るう

えで、肝要な点は、十分な層間の密着性を確保しながらも、微細な多孔構造を破壊せず、しかもピンホールなどの欠陥を生じさせないことである。

【0004】 積層多孔質フィルムの製造方法として、多孔質フィルムを接着剤や加熱加圧により積層一体化する方法が知られ、特に加熱加圧による方法として、特開昭53-85865号公報においては、ポリテトラフルオロエチレンの多孔質焼結フィルムを2層以上重ね合わせ、0.01~0.5Kg/cm²の外圧をかけながらポリマーの結晶融点以上に加熱して、フィルム間にファイバーマトリックスの物理的結合状態を形成して、一体化する多層化方法が提案されている。

【0005】 また、特開昭62-53813号公報において、熱可塑性樹脂からなる多孔膜を2枚以上重ね合わせ、特定条件下で縦方向に延伸することで、ピンホール（欠陥となる粗大孔）を皆無にした多孔膜を得る方法が提案されている。さらに、特開昭62-79806号公報には、多層中空糸ノズルまたは多層ダイを用いて成形することにより、分子量の異なる同種の熱可塑性樹脂からなる複層構造の未延伸熱可塑性樹脂中空糸またはフィルムを得、ついで未延伸素材を延伸多孔化する方法が示されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 しかるに、多孔質フィルムを接着剤により積層一体化する方法は、接着剤が浸透してしまう問題のほかに、接着剤がこのフィルムと異なる素材であることによる制約、たとえば接着剤自体または微量成分の溶出の問題などがある。

【0007】 特開昭53-85865号公報に開示されている多孔質フィルムを加熱加圧により積層一体化する方法は、原理的に溶融または軟化した多孔質フィルム素材を外力および表面張力により変形させ接着する方法であるため、積層による多孔構造の変化は免れない。また、特開昭62-53813号公報に開示されている方法は、やはり本質的に多孔膜どうしを重ね合わせる方法であり、延伸時において多孔膜をロールにニップする際に孔が潰れる危険性があることから、装置面や延伸条件面での制約が多い欠点がある。

【0008】 一方、特開昭62-79806号公報に開示されている方法は、積層したのちに多孔化する方法であり、積層時に孔が潰れる危険性はない。しかるに、多層押出成形においては、ダイ内接着ダイ外接着に関わらず、材料が溶融状態にある間に積層されるため、フィッシュアイや異物による欠陥が層間にわたつて生ずる可能性が高く、延伸工程において貫通したピンホールが生じやすい問題がある。

【0009】 本発明は、上記従来の事情に鑑み、層間の密着性にすぐれると共に、ピンホールのない積層多孔質フィルムを、各フィルムの孔を潰すことなく製造できる方法を提供することを目的としている。

(3)

3

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の目的を達成するために鋭意検討した結果、予め形成された熱可塑性樹脂フィルムを、この樹脂の軟化点以上融点未満の温度において積層一体化したのち、延伸多孔化することにより、層間の密着性にすぐれると共に、ピンホールのない積層多孔質フィルムを、各フィルムの孔を潰すことなく製造できることを見い出し、本発明を完成するに至つた。

【0011】すなわち、本発明は、熱可塑性樹脂を主体とする成形材料をドラフト比80以上でフィルム成形する第1の手段と、このフィルムの少なくとも2枚を重ね合わせて上記樹脂の軟化点以上融点未満の温度に加熱して積層一体化する第2の手段と、この積層フィルムを延伸多孔化する第3の手段とからなることを特徴とする積層多孔質フィルムの製造方法に係るものである。

【0012】なお、本明細書において、熱可塑性樹脂の軟化点とは、ASTM-1525に記載されるピカット軟化点を指すものである。

【0013】

【発明の構成・作用】本発明における熱可塑性樹脂としては、特に限定されるものではないが、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリ(4-メチルーペンテニ-1)、ポリフツ化ビニリデンなどの結晶性高分子が好ましく用いられる。これらの熱可塑性樹脂は、単体で使用できるほか、共重合体として、あるいは2種以上をブレンドして用いることができる。

【0014】2種以上のポリマーを用いることは、通常、単一のポリマーでは得難い物性、たとえば機械的強度、耐熱性、表面の親水性などを得ることを目的とする場合が多いが、本発明においては、これに加えて、ある樹脂にこの樹脂よりも相対的に低い温度で軟化溶融する樹脂を、積層時における層間の融着を促進する目的でブレンドすることができる。

【0015】特に、相対的に高い温度で軟化溶融する樹脂が連続相をなし、相対的に低い温度で軟化溶融する樹脂が非連続相をなすような相分離構造をとることは、積層時において、非連続相をなす樹脂の有する融点以上の温度であつても、連続相をなす樹脂の有する融点以下の温度であれば、連続相の有する結晶構造を破壊することなく、層間の密着性が得られるので、より好ましいものである。

【0016】本発明における成形材料は、上記の熱可塑性樹脂を主体としたものであるが、ここで主体とは、熱可塑性樹脂をこれ単独で成形材料とする場合と、この熱可塑性樹脂に老化防止剤、帶電防止剤、スリップ剤、造粒剤、充てん剤などの各種添加剤を適量混合して成形材料とする場合とがあることを意味する。

【0017】本発明の第1の手段では、このような成形材料を二軸押出機、ニーダー、ロール、バンパリーミキ

4

サーなどにより均一に溶融混練したのち、Tダイ押出成形、インフレーション成形などにより、ドラフト比80以上、好ましくは120以上通常500以下の条件で、厚さが通常5~200μm程度となるフィルム状に溶融成形する。

【0018】ドラフト比(D)とは、フィルムの引取速度(V_2)をダイスから押し出される成形材料の線速度(V_1)で除した値、つまり、 $D = V_2 / V_1$ にて表される値であつて、この値が大きいほど結晶配向性が高くなる。すなわち、H.S.Bierenbaum et al, Ind. Eng. Che

m., Prod. Res. Develop. vol. 13, No. 1, P-2, (1974年)に提唱されているように、結晶性高分子は、高ドラフト比で成形すると、ラメラ(板状結晶)がフィルムの引取方向に対し垂直方向に列をなして並んだ構造(row structure)をとることが知られている。

【0019】本発明において、ドラフト比80以上の条件で成形することにより高い結晶配向性を得ているのは、後で行われる延伸工程において、良好な多孔化を達成するためであり、上記よりも低いドラフト比になると十分な多孔化を図れない。なお、ドラフト比をあまりに高くしすぎると、フィルム成形上の問題が生じてくるため、通常は前記した500以下の値にするのが望ましい。

【0020】このように成形したフィルムに対し、熱処理を施してもよい。この熱処理により、フィルムの結晶性を高めることができ、後で行われる延伸工程で微細孔の形成が促進され、高気孔率の多孔質フィルムを得ることができる。しかし、本発明では、引き続く積層一体化工程で必然的に熱処理され、同様の効果を得ることができるので、経済性を重視する限り、通常本工程は省略される。

【0021】本発明の第2の手段では、上記の如くして得た非多孔質フィルムの少なくとも2枚を重ね合わせて、熱処理することにより、積層一体化する。ここで、積層するフィルムの組成およびその組み合わせは、積層多孔質フィルムの使用目的に応じて適宜選択される。したがつて、同質のフィルムを積層してもよいし、また異なる材質のフィルムを積層してもよい。

【0022】積層一体化の加熱温度は、熱可塑性樹脂の軟化点以上融点未満の温度であり、軟化点以上の温度とすることでフィルム層間の密着性を良くすることができます、また融点未満の温度とすることで各フィルムの結晶配向性の低下、ひいては後で行われる延伸工程での多孔化不良を防ぐことができる。

【0023】積層する少なくとも2枚のフィルムが同質、つまり同一の熱可塑性樹脂からなる場合に、この熱可塑性樹脂が2種以上のブレンド系で、二相以上の相分離構造を有しているときは、各々の相が示す軟化点のうち最も低い温度以上、より好ましくは各々の相が示す融点のうち最も低い温度以上で、かつ各々の相が示す融点

(4)

5

のうち最も高い温度未満の温度に加熱して積層一体化すればよい。これにより、各フィルム層間で有効な密着性が得られると共に、フィルム全体の結晶配向性を低下させることがない。

【0024】熱可塑性樹脂を2種以上のブレンド系とする代表的な例としては、たとえば、ポリプロピレンとポリエチレンとのブレンド系があり、特に両ポリマーとなる二相の相分離構造を形成するため、ポリプロピレン10～90重量%とポリエチレン90～10重量%とのブレンド系とするのが好ましい。

【0025】積層する少なくとも2枚のフィルムが異なる材質、つまり異なる熱可塑性樹脂からなる場合は、隣接する各フィルムを構成する樹脂の軟化点のうちより低い温度以上で、かつ隣接する各フィルムを構成する樹脂の融点のうちより低い温度未満の温度に加熱して積層一体化すればよい。これにより、各フィルム層間で有効な密着性が得られ、フィルム全体の結晶配向性を低下させることもない。

【0026】このように、本発明の第2の手段では、予め成形したフィルムを融点未満の温度で積層するため、フィルム成形時に生ずるフイツシユアイや混入した異物などに起因する欠陥が、積層されたフィルムの層間にわたつて生ずることがなく、引き続く延伸工程でピンホールを生ずるおそれがない。

【0027】しかも、この第2の手段では、非多孔質のフィルムを融点未満の温度で積層するため、積層時に圧力をかけても、フィルム構造が破壊されることがない。したがつて、通常のラミネートロールを用いることができるほか、プレスなどの加熱された金属板を用いる方法、芯体上に巻き取りこれを加熱する方法などを採用できる。芯体上に巻き取りこれを加熱する方法では、非多孔質のフィルムに離型性シートを共巻きして巻きとつてもよく、この場合離型性シートの熱収縮性により積層時の圧力を調節することができる。

【0028】本発明の第3の手段では、上記の積層一体化工程の後に、延伸処理を施して、積層フィルムを多孔化するものである。この延伸処理は、従来から知られているロール式延伸、テンタ一式延伸などにより、通常20～60℃の低温延伸にて行うことができる。温度があまりに低すぎると作業中にフィルムの破断が生じやすく、逆に高すぎると多孔化しがたい。

【0029】上記の低温延伸による延伸率は、特に限定されないが、通常20～400%、好ましくは50～300%とするのがよい。ここで、延伸率(M_1)は、つぎの式にて表される。

$$M_1 = \frac{L_1 - L_0}{L_0} \times 100$$

L_0 ：低温延伸前の寸法

L_1 ：低温延伸後の寸法

(4)

6

【0030】このような低温延伸を行つたのち、必要により、60℃以上、積層フィルムが示す融点未満の温度にて、高温延伸を施してもよい。この高温延伸は、一軸延伸または二軸延伸のいずれでもよく、また多段にわたつて行つてもよい。温度が低すぎると作業中にフィルムの破断が生じやすく、逆に高すぎるとフィルムの多孔性に悪影響を与えるため、好ましくない。

【0031】上記の高温延伸による延伸率は、特に限定されないが、通常10～500%とするのがよい。ここで、延伸率(M_2)は、つぎの式にて表される。

$$M_2 = \frac{L_2 - L_1}{L_0} \times 100$$

L_0 ：低温延伸前の寸法

L_1 ：高温延伸前（低温延伸後）の寸法

L_2 ：高温延伸後の寸法

【0032】このような延伸処理にて得られる積層多孔質フィルムは、延伸時の応力が残留し、延伸方向に寸法が収縮しやすいため、延伸後にその延伸方向の寸法を予め熱収縮させて、寸法安定性を向上させるのが望ましい。この熱収縮は、延伸温度と同じ温度またはそれ以上の温度で行うのがよい。熱収縮させる度合は、通常、延伸後のフィルム長さが10～40%減少する程度でよい。

【0033】また、積層多孔質フィルムの延伸方向の寸法が変化しないように規制し、延伸温度またはそれ以上の温度にて加熱する、いわゆる「ヒートセット」を施して、熱収縮処理と同様の寸法安定性の向上を図るようにしてもよい。さらに、このヒートセットと上記の熱収縮処理とを適宜組合せて用いてもよい。

【0034】このようにして得られる積層多孔質フィルムは、積層すべき非多孔質フィルムの種類、厚さ、積層枚数および延伸条件などの選択により、その厚さ、気孔率および孔径を、使用目的に応じた任意の値に設定することができる。しかし、通常は、厚さが10～500μm、気孔率が10～90%、孔径が0.01～10μm程度となるようにするのが望ましい。

【0035】

【発明の効果】以上のように、本発明においては、特定条件下で成形した非多孔質フィルムをその積層後に延伸多孔化するため、従来のような積層時における多孔構造への悪影響がなく、また上記の積層を熱可塑性樹脂の軟化点以上融点以下の温度で加熱して行うため、積層フィルム間の密着性にすぐれるうえに、フィルム成形時に生ずるフイツシユアイや混入した異物などに起因する欠陥が、積層フィルムの層間にわたつて生ずることがなく、ピンホールの発生を防ぐことができる。

【0036】

【実施例】つぎに、本発明の実施例を記載して、より具体的に説明する。なお、以下の実施例では、積層多孔質

(5)

7

7
フィルムの物性として、電池用セパレータの重要な特性とされる、電解液含浸時の電気抵抗値を取り上げているが、本発明の方法にて得られる積層多孔質フィルムは上記の用途にのみ限定されるものではない。

【0037】実施例1

軟化点154℃、融点158℃、メルトインデツクス(以下、M Iという)が2.5のポリプロピレンを、Tダイ押出機により、ダイス温度230℃、ドラフト比110の条件下にて、厚さが20μmの長尺フィルム状に成形した。得られたフィルム状物を2枚重ね合わせ、熱ロールを用いて、156℃の温度にて30秒間接触させて、積層一体化した。

【0038】つぎに、この積層非多孔質フィルムを、25℃の温度にて長尺方向に延伸率が50%になるように低温延伸し、さらに130℃にて同方向に延伸率が100%になるように高温延伸した。その後、延伸方向の寸法が変化しないように規制して、130℃にて2分間加熱して、ヒートセットした。このようにして得た積層多孔質フィルムの厚さは35μmであつた。

【0039】比較例1

実施例1と同じ材料、成形条件にて得られた長尺フィルムを、1枚ずつ別個に熱ロールを用い、156℃の温度にて30秒間接触させて、熱処理を行つた。ついで、この非多孔質フィルムを各々25℃の温度にて長尺方向に延伸率が50%になるように低温延伸したのち、2枚を重ね合わせ、130℃にて同方向に延伸率が100%になるように高温延伸した。その後、延伸方向の寸法が変化しないように規制して、130℃にて2分間加熱し

*て、ヒートセットすることにより、厚さが35μmの積層多孔質フィルムを得た。

【0040】上記の実施例1および比較例1に係る各積層多孔質フィルムにつき、電気抵抗値、ピンホールの有無および層間密着性を調べた。その結果を、後記の表1に示す。各特性は、以下の方法で測定、評価した。

【0041】<電気抵抗値> J I S C-2313に準じ、電解液として、プロピレンカーボネートと1・2ジメトキシエタンを同容量ずつ混合した液に、電解質として無水過塩素酸リチウムを1モル/リットルの濃度で溶解したものを用い、国洋電気工業社製の抵抗計、LCRメーターKC-532により、1KHzの交流抵抗を測定し、下記の式にしたがい、積層多孔質フィルムの電気抵抗値を算出した。

$$R = (R_0 - R_1) \times S$$

R : 積層多孔質フィルムの電気抵抗値 (Ω · cm²)

R₀ : 電解液の電気抵抗値 (Ω)

R₁ : 電解液中に積層多孔質フィルムを浸漬した状態で測定した電気抵抗値 (Ω)

S : 多孔質フィルムの断面積 (cm²)

【0042】<ピンホールの有無>目視およびバブルポイントの測定 (ASTM F316) により、積層多孔質フィルムにピンホールがあるかどうかを調べた。

【0043】<層間密着性> T型剥離試験機を行つた際の破壊モード、すなわち、界面破壊か凝集破壊かという点で、層間密着性が良好であるかどうかを評価した。

【0044】

【表1】

表1

	電気抵抗値 (Ω · cm ²)	ピンホールの有無	層間密着性
実施例1	1. 1	無	良好
比較例1	1. 2	無	不良

【0045】上記の表1の結果から、本発明の実施例1の方法によれば、層間密着性にすぐれると共に、電気抵抗値の低い、そのうえピンホールのない、高品質の積層多孔質フィルムを作製できるものであることがわかる。なお、比較例1の方法において、高温延伸およびヒートセットの温度を高くする、たとえば156℃にすると、層間密着性は良くなるが、電気抵抗値が高くなる問題が生じた。

【0046】実施例2

軟化点150℃、融点167℃、M Iが13.0のアイソタクチックポリプロピレンを、Tダイ押出機により、押出温度230℃、ドラフト比100の条件下にて、厚さ16μmの長尺フィルム状に成形した。また、軟化点

128℃、融点139℃、密度0.962g/cm³、M Iが10.75の高密度ポリエチレンを、Tダイ押出機により、押出温度200℃、ドラフト比100の条件下にて、厚さ20μmの長尺フィルム状に成形した。

【0047】この2種類のフィルム状物を重ね合わせ、熱ロールを用いて、130℃の温度にて15秒間接触させて、積層一体化したのち、この積層非多孔質フィルムを、25℃の温度にて長尺方向に延伸率が20%になるように低温延伸し、さらに125℃の温度にて同方向に延伸率が90%になるように高温延伸した。このようにして得た積層多孔質フィルムの厚さは28μmであつた。

【0048】比較例2

(6)

9

軟化点150℃、融点167℃、MIが13.0のアイソタクチックポリプロピレンと、軟化点128℃、融点139℃、密度0.962g/cm³、MIが10.75の高密度ポリエチレンとを、押出温度230℃で共押出し、2層構造のフィルムを得た。このフィルムを130℃の温度にて15秒間熱処理したのち、25℃の温度にて長尺方向に延伸率が20%になるように低温延伸し、さらに125℃の温度にて同方向に延伸率が90%にな*

*るよう高温延伸した。このようにして得た積層多孔質フィルムの厚さは30μmであつた。

【0049】上記の実施例2および比較例2に係る各積層多孔質フィルムにつき、電気抵抗値、ピンホールの有無および層間密着性を、前記と同様にして調べた。その結果を、下記の表2に示す。

【0050】

【表2】

表2

	電気抵抗値 (Ω・cm ²)	ピンホールの有無	層間密着性
実施例2	12.5	無	良好
比較例2	13.2	有	良好

【0051】上記の表2の結果から、本発明の実施例2の方法によれば、前記の実施例1の場合と同様に、層間密着性にすぐれると共に、電気抵抗値の低い、そのうえピンホールのない積層多孔質フィルムを作製できるものであることがわかる。

【0052】実施例3

軟化点150℃、融点166℃、MIが12.5のアイソタクチックポリプロピレン60重量部と、軟化点128℃、融点139℃、密度0.962g/cm³、MIが10.75の高密度ポリエチレン40重量部とを、溶融混合し、Tダイ押出機により、ダイス温度210℃、ドラフト比16.0の条件で、厚さ23μmの長尺フィルム状に成形した。得られたフィルム状物を2枚重ね合わせ、熱ロールを用いて、147℃の温度にて30秒間接触させて、積層一体化した。

【0053】つぎに、この積層非多孔質フィルムを、2

5℃の温度にて長尺方向に延伸率が200%になるよう

20 に低温延伸し、さらに100℃にて同方向に延伸率が200%になるよう高温延伸した。その後、延伸方向の寸法が変化しないように規制して、100℃にて2分間加熱して、ヒートセットした。このようにして得た積層多孔質フィルムの厚さは33μmであつた。

【0054】この積層多孔質フィルムにつき、その電気抵抗値、ピンホールの有無および層間密着性を、前記と同様にして調べた結果、電気抵抗値は1.6Ω・cm²で、ピンホールは全くみられず、層間密着性も良好であつた。

【0055】比較例3

30 積層一体化する温度を170℃に変更した以外は、実施例3と同一組成、同一製法により、積層多孔質フィルムを作製しようと試みたが、延伸時において破断し、目的とする積層多孔質フィルムは得られなかつた。